(19) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND** 

# <sup>12</sup> Patentschrift @ DE 3301357 C1

(5) Int. Cl. 3: C 09 D 5/22

> C 09 D 5/23 C 06 B 23/00 A 01 N 25/08



**DEUTSCHES PATENTAMT**  (21) Aktenzeichen: Ánmeldetag:

P 33 01 357.8-43 18. 1.83

Offenlegungstag:

Veröffentlichungstag der Patenterteilung:

16. 8.84

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:

Plast-Labor S.A., 1630 Bulle, CH

(74) Vertreter:

Schönwald, K., Dr.-Ing.; Fues, J., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; von Kreisler, A., Dipl.-Chem.; Keller, J., Dipl.-Chem.; Selting, G., Dipl.-Ing.; Werner, H., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 5000 Köln

② Erfinder:

Weller, Wolfgang, Dipl.-Chem., 1635 La Tour-de-Treme, CH

(56) Im Prüfungsverfahren entgegengehaltene Druckschriften nach § 44 PatG:

NICHTS-ERMITTELT

Markierungsmittel, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung zur Markierung von feindispersen

Das Marklerungsmittel enthält in ungehärtete Polymerkomponenten von Pulverlacken auf Basis von Polyacrylaten, Polyestern und polymeren Epoxiden eingebettete ferromagnetische Teile, ggf. Fluoreszenzpigmente, lösliche und un-lösliche Fluoreszenzstoffe, Farbpigmente, Oxide und/oder Salze von seiteneren Metallen sowie Oxide und/oder schwerlösliche Salze seitener Erden in mikroanalytisch gut erfaßbaren Mengen. Sie werden hergestellt durch homogenes Verschmelzen der Komponenten, Granulleren, Vermahlen und ggf. Windsichten, so daß die Tellchengröße unter 50 μm, vorzugsweise unter 20 μm liegt. Sie eignen sich insbesondere zur Marklerung von feindispersen Systemen.

> Bibliotheek Bur. Ind. Eigendom

1 6 OK. 1984

COPY

#### Patentansprüche:

#### 1. Markierungsmittel, enthaltend

mindestens 1 Gew.-% Eisenpulver und/oder Pulver ferromagnetischer Legierungen sowie mindestens zwei der folgenden Substanzgruppen:

ы Fluoreszenzpigmente,

in organischen Lösungsmitteln lösliche, wasserunlösliche Fluoreszenzstoffe,

Farbpigmente,

11

- e) schwerlösliche und hitzestabile Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen,
- f) Oxide und/oder schwerlösliche Salze seltener

in mikroanalytisch gut erfaßbaren Mengen homogen vermischt in einem thermoplastischen Material, 20 dadurch gekennzeichnet, daß

- das Eisenpulver und/oder Pulver der ferromagnetischen Legierung in Mengen von 3 bis 20 Gew.-% vorliegt und von den nachfolgenden 25 Substanzen mindestens zwei in den folgenden Mengen vorliegen:
- b) Fluoreszenzpigmente in Mengen von 0.1 bis 8 Gew.-%.
- Fluoreszenzstoffe in Mengen von 0,1 bis 5 10 Gew.-%.
- Farbpigmente in Mengen von 0,5 bis 8 Gew.-%.
- , <sub>∴.</sub>e) Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen in Mengen von 0,5 bis 8 Gew.-% und
  - gen von 0,5 bis 5 Gew.-%,

und das thermoplastisch verarbeitbare Material die ungehärtete Polymerkomponente von Pulverlacken auf Basis von Polyacrylaten, Polyestern oder polymeren Epoxiden ist, die Schmelze des Gemisches nach dem Abkühlen granuliert und auf eine Teil-chengröße nach dem Vermahlen von kleiner als 50 µm vermahlen wurde.

- 2 Versahren zur Herstellung von Markierungs- 45 mitteln, enthaltend
- mindestens 1 Gew.-% Eisenpulver und/oder Pulver ferromagnetischer Legierungen sowie mindestens zwei der folgenden Substanzgrup- 50

Fluoreszenzpigmente,

in organischen Lösungsmitteln lösliche, wasserunlösliche Fluoreszenzstoffe,

Farbpigmente,

- schwer lösliche und hitzestabile Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen,
- Oxide und/oder schwerlösliche Salze seltener Erden in mikroanalytisch gut erfaßbaren Mengen homogen vermischt in einem thermoplasti- 60 schen Material, dadurch gekennzeichnet, daß das Eisenpulver oder Pulver der ferromagnetischen Legierung in Mengen von 3 bis 20 Gew.-% vorliegt und von den nachfolgenden Substanzgruppen mindestens zwei in den fol- 65 genden Mengen vorliegen:
- Fluoreszenzpigmente in Mengen von 0,1 bis 8 Gew.-%,

- Fluoreszenzstoffe in Mengen von 0,1 bis 5 c) Gew.-%.
- Farbpigmente in Mengen von 0.5 bis 8 Gew.-%.
- Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen e) in Mengen von 0,5 bis 8 Gew.-% und
- Oxide und/oder Salze seltener Erden in Menf) gen von 0,5 bis 5 Gew.-%,

und man als thermoplastisch verarbeitbares Material die ungehärtete Polymerkomponente von Pulverlacken auf Basis von Polyacrylaten, Polyestern oder polymeren Epoxiden verwendet, die Substanzen al bis f) in die Schmelze einbringt, homogen vermischt, das Gemisch granuliert, auf eine Teilchengröße nach dem Vermahlen von kleiner als 50 µm vermahlt und gewünschtenfalls durch Windsichtung vom Grobkorn abtrennt.

3. Verwendung der Markierungsmittel gemäß Anspruch 1 zur Markierung von feindispersen Syste-

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Markierungsmittel, insbesondere zur Markierung von feindispersen Systemen, welche eine Identifizierung des verwendeten Stoffes bezüglich Herkunft und Zusammensetzung und ggf. auch Herstellungsdatum mit Hilfe mikroanalytischer Methoden gestatten. Weiterhin betrifft die Erfindung das Verfahren zur Herstellung solcher Markierungsmittel und deren Verwendung insbesondere zur Markierung von leinpulverigen Substanzen.

Die zunehmende Entwendung und unerlaubte Benut-Oxide und/oder Salze seltener Erden in Men- 35 zung von Sprengstoffen hat zu dem Bedürfnis geführt, die Herkunft, die Art und ggf. auch den Herstellungszeitpunkt von Sprengstoffen eindeutig nachweisen zu können. Es sind daher bereits eine Reihe von Markierungsmitteln vorgeschlagen worden bzw. auf den Markt gekommen. Markierungsmittel für Sprengstoffe sind beispielsweise in den US-PSen 40 53 433, 37 72 200. 38 97 284, 41 31 064, 41 97 104, 39 61 106, 39 67 990 und 39 93 838 beschrieben. Von der Anmelderin der vorliegenden Anmeldung sind weiterhin verbesserte Markierungsmittel entwickelt worden, welche in hochmolekularen, thermoplastisch verarbeitbaren Polymeren eingebettete ferromagnetische Teile sowie ggf. Fluoreszenzpigmente, lösliche und unlösliche Fluoreszenzstoffe. Farbpigmente, Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen sowie Oxide und/oder schwerlösliche Salze seltener Erden in mikroanalytisch gut erfaßbaren Mengen enthalten sind. Sie werden hergestellt durch homogenes Verschmelzen der Komponenten, Granulieren und Vermahlen.

Diese Markierungsmittel sind Gegenstand der deutschen Patentanmeldung P 32 03 373.7.

Es wurde festgestellt, daß nicht nur für Sprengstoffe. sondern für eine Reihe weiterer Substanzen ein breitgestreuter Bedarf an Markierungsmitteln besteht. Feindisperse Systeme, insbesondere feinpulverige Substanzen von hoher Wirksamkeit oder hohem Wert und insbesondere hohen Qualitätsanforderungen sollten so markierbar sein, daß auch später noch feststellbar ist, ob es sich um Originalware handelt. In einigen Fällen ist es sogar erwünscht, wie bei Sprengstoffen nicht nur den Hersteller, sondern auch das Herstellungs- und Abfülldatum nachträglich feststellen zu können. Feinpulverige Substanzen dieser Art sind beispielsweise Herbizide,

Pestizide, Düngemittel, aber auch feindisperse Systeme wie hochwertige Speziallacke etc.

Die Markierungsmittel für Sprengstoffe sind für derartige Zwecke ungeeignet, da sie zu großkörnig sind und auch unter Zuhilfenahme von Spezialtechnologien, s wie der Vermahlung unter flüssigem Stickstoff oder durch Löse-Fäll-Prozesse, nicht ausreichend feinverteilt werden können. Die von der Anmelderin als Markierungsmittel für Sprengstoffe vorgeschlagenen Kunststoffe, wie Polyathylene, Polypropylene, Polyamide, Polycarbonate, Polyester, Polyoximethylene oder Acrylnitril-Butadien-Styrolcopolymere ließen sich auch bei extrem niedrigen Temperaturen, wie unter flüssigem Stickstoff, nicht zu der gewünschten Korngröße von kleiner als 50 µm, vorzugsweise kleiner als 20 µm, vermahlen.

Die Erfindung hat sich somit die Aufgabe gestellt, Markierungsmittel für feindisperse Systeme zur Verfügung zu stellen, die sich einerseits leicht und wirtschaftlich herstellen lassen, zum anderen zu homogenen Parti- 20 keln von kleiner als 50 µm, vorzugsweise sogar kleiner als 20 µm, vermahlen lassen. Die Markierungsmittel müssen weiterhin gegen Wasser und Feuchtigkeit beständig sein, sollen sich jedoch von den feinpulverigen Substanzen leicht abtrennen und einwandfrei mikroana- 25

lytisch identifizieren lassen.

Es wurde jetzt gefunden, daß sich die ungehärteten Polymerkomponenten von Pulverlacken auf Basis von Polyacrylaten, Polyestern oder polymeren Epoxiden ausgezeichnet eignen, als thermoplastisch verarbeitba- 30 res Material eingesetzt zu werden, um Eisenpulver und/ oder Pulver ferromagnetischer Legierungen sowie die weiteren mikroanalytisch gut erfaßbaren Substanzen in der Schmelze einzubetten und sich danach auch noch einwandfrei zu Teilchengrößen von weniger als 50 µm, 35 vorzugsweise sogar weniger als 20 μm, vermahlen zu lassen. Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind somit Markierungsmittel und Verfahren zu ihrer Herstellung gemäß obiger Patentansprüche 1 und 2.

Das Eisenpulver und/oder Pulver ferromagnetischer 40 Legierung muß mindestens in Mengen von 1% vorliegen, damit das Markierungsmittel mit Hilfe von Magneten aus den feinpulverigen Substanzen herausgeholt werden kann. Im allgemeinen werden Mengen von 3-20 Gew.% ferromagnetischen Materials eingesetzt. 45 Besonders bewährt haben sich Mengen von 5-12

Zur eindeutigen Codierung und Decodierung der erfindungsgemäßen Markierungsmittel müssen mindestens zwei der Substanzgruppen Fluoreszenzpigmente, 50 Fluoreszenzstoffe, Farbpigmente, Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen sowie Oxide und/oder schwerlösliche Salze seltener Erden vorliegen. Je mehr verschiedene Substanzgruppen zum Einsatz kommen, umso größer ist die Variierbarkeit und umso leichter ist 55 eine eindeutige Zuordnung nach Hersteller, Herstellungsdatum und Zusammensetzung des markierten Stoffgemisches möglich. Um Substanzgruppen in den erfindungsgemäßen Markierungsmitteln auch mikroanalytisch gut erfassen zu können, müssen diese in den 60 folgenden Mengen vorliegen:

- Fluoreszenzpigmente in Mengen von 0,1 bis 8 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 5 Gew.-%,
- Fluoreszenzstoffe in Mengen von 0,1 bis 5 Gew.-%, 65 vorzugsweise 1 bis 3 Gew.-%.
- Farbpigmente in Mengen von 0,5 bis 8 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 5 Gew.-%,

- e) Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen in Mengen von 0,5 bis 8 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 5 Gew.-96
- Oxide und/oder Salze seltener Erden in Mengen von 0,5 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 3 Gew.-%.

Die Fluoreszenzpigmente sollen unlöslich in Wasser und organischen Lösungsmitteln sein, während die Fluoreszenzstoffe zwar wasserunlöslich, aber in organischen Lösungsmitteln löslich sein sollen. Hierdurch lassen sich diese Substanzgruppen leicht voneinander trennen und unabhängig voneinander analytisch bestimmen. Auch die Farbpigmente Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen und Oxide und/oder schwerlösliche Salze seltener Erden sollen in Wasser und organischen Lösungsmitteln unlöslich sein, so daß sie auf alle Fälle im Rückstand verbleiben und dann nebeneinander eindeutig analytisch bestimmt werden können.

Um die verschiedenen Substanzgruppen homogen im erfindungsgemäßen Markierungsmittel zu verteilen, müssen sie in der Schmelze der Polymeren eingebracht und intensiv vermischt werden. Hierfür haben sich Mischwerkzeuge mit extrem guter Scher- und Knetwirkung bewährt. Einschneckenextruder sind hierfür weniger geeignet. Zweischneckenextruder sind dann gut geeignet, wenn sie hohe Scherkräfte entwickeln. Bewährt haben sich Zweischneckenkneter oder Planetwalzenextruder. Auch ein chargenweise arbeitender Zwangsmischer erscheint geeignet zu sein. Die homogenen Gemische-werden anschließend über Kühlband und Brecher granuliert. Die scherbenartigen Granulate sollten vorzugsweise Durchmesser von weniger als 15 mm aufwei-

Die Granulate sollten vorzugsweise Kantenlängen von 2 bis 6 mm aufweisen. Derartige Granulate lassen sich ohne Schwierigkeit zu Pulvern mit einer Korngrö-Be von kleiner als 50 µm, vorzugsweise auch kleiner als 20 µm, vermahlen. Nur derartig fein vermahlene Pulver, die ggf. durch Windsichtung von gröberen Körnern befreit wurden, lassen sich beispielsweise mit pulverförmigen Herbiziden und Insektiziden in Form von Aufschlämmungen aus Druckbehältern versprühen, ohne zu Entmischungen zu führen oder gar die Sprühsysteme zu verstopfen. Da Herbizide und Insektizide meist in Partikelgrößen unter 50 µm, teilweise sogar unter 20 µm, liegen, müssen auch die erfindungsgemäßen Markierungsmittel derartig feinteilig sein. Auch zur Markierung von Lacksystemen ist es nötig, extrem fein vermahlene Partikel zu verwenden, zumal Lacksysteme teilweise nur Schichtstärken von 20 µm aufweisen. Selbstverständlich müssen auch die Inhaltsstoffe der Markierungsmittel entsprechend feinteilig sein, so sollte das verwendete Eisenpulver eine Oberkorngrenze von 10 µm aufweisen. Auch die übrigen Komponenten sollten entsprechend fein vermahlen vorliegen und feinverteilt in das Gemisch eingearbeitet werden.

Eingehende Untersuchungen der Anmelderin haben gezeigt, daß alle üblichen thermoplastischen Materialien, die beispielsweise für die Herstellung von Markierungsmitteln von Sprengstoffen geeignet sind, ungeeignet sind für Markierungsmittel von feindispersen Systemen. Die hochmolekularen Kunststoffe, wie Polyäthylene, Polypropylene, Polyamide, Polycarbonate, Polyester, Polyoxymethylene und Acrylnitrilbutadien-Styrolcopolymere lassen sich nämlich weder bei Normaltemperatur noch unter flüssigem Stickstoff einwandfrei zu so feinpulverigen Markierungsmitteln vermahlen, wie es

an sich notwendig wäre.

6

Überraschenderweise sind jedoch die ungehärteten Polymerkomponenten von Pulverlacken auf Basis von Polyacrylaten, Polyestern oder polymeren Epoxiden geeignet, einerseits thermoplastisch verarbeitet zu werden und dabei alle übrigen Komponenten des Markierungsmittels in homogener Mischung aufzunehmen, andererseits die extreme Feinvermahlung der wiedererstarrten Gemische zu gestatten. Die ungehärteten Polymerkomponenten von Pulverlacken auf Basis von Polyacrylaten, Polyestern oder polymeren Epoxiden können zwar von 10 den Herstellern einzeln bezogen werden, jedoch werden sie normalerweise nur zusammen mit der zweiten vernetzenden Komponente verwendet. Diese zweite vernetzende Komponente darf erfindungsgemäß nicht anwesend sein, da sie bei stärkerer Erwärmung des Ge- 15 misches die thermoplastischen Polymere in Duromere umwandeln würden. Außerdem bestünde die Gefahr, daß diese relativ niedermolekularen vernetzenden Komponenten auch mit den zu markierenden feinpulverigen Substanzen reagieren könnten Die Verwen- 20 dung der ungehärteten Polymerkomponenten von Pulverlacken auf Basis von Polyacrylaten, Polyestern oder polymeren Epoxiden zur Herstellung von Markierungsmitteln für feindisperse Systeme stellt somit eine völlig ungewöhnliche und eigentlich zweckentfremdende Ver- 25 wendung dieser Polymeren dar.

Eine Untersuchung der erfindungsgemäß verwendeten Polymeren und der daraus hergestellten Markierungsmittel mittels Differential-Thermo-Analyse hat ergeben, daß diese Polymeren alle einen ausgeprägten 30 Glasübergangspunkt aufweisen, der im Bereich 50-80°C liegt. Weiterhin haben diese Thermoplaste Schmelzpunkte im Bereich zwischen 90 und 130°C. Sie sind daher allein und zusammen mit den übrigen Komponenten gut extrudierbar und nach dem Erstarren bei 35 Raumtemperatur besonders einfach und gut zu extrem

feinen Pulvern vermahlbar.

Die speziellen Daten des verwendeten Polymeren unter den Bedingungen der Differential-Thermo-Analyse können als weiteres Kriterium zur Identifizierung und Decodierung der Markierungsmittel herangezogen

werden.

Die ferromagnetischen Teile dienen, wie gesagt, zur Auffindung und Abtrennung der erfindungsgemäßen Markierungsmittel von den in erheblichem Überschuß vorhandenen zu markierenden feindispersen Systemen. Als ferromagnetische Materialien haben sich insbesondere Eisenpulver mit einer Oberkorngröße von weniger als 10 µm bewährt. Derartige Eisenpulver sind im Handel. Prinzipiell sind aber auch alle anderen ferromagnetischen Legierungen geeignet, sofern sie in ausreichend feiner Pulverform zur Verfügung stehen. Sofern diese Legierungen relativ seltene Legierungsbestandteile enthalten, können prinzipiell auch diese zur Identifizierung und Decodierung herangezogen werden.

Als Fluoreszenzpigmente kommen prinzipiell alle solche Pigmente in Frage, die sich durch ihr Fluoreszenzspektrum und ihre Eigenfarbe eindeutig voneinander unterscheiden lassen. Als Fluoreszenzstoffe kommen prinzipiell alle in organischen Lösungsmitteln löslichen Typen in Frage, die mit Hilfe organischer Lösungsmittel aus den Markierungsmitteln herausgelöst werden können. Die Fluoreszenzstoffe sollten vorzugsweise wasserunlöslich sein, so daß sie nicht bereits durch Wasser aus dem Markierungsmittel herausgelöst werden kön-

nen.

Als Farbpigmente können wiederum alle ausreichend unlöslichen und wärmestabilen Pigmente verwendet

werden, deren Emissionsspektrum eindeutig identifizierbar ist.

Als schwerlösliche und hitzestabile Oxide und/oder Salze von selteneren Metallen kommen beispielsweise Titandioxid, Kupferoxid, Zinkoxid, Strontiumcarbonat, Cadmiumsulfid, Antimontrioxid, Bariumsulfat, Lanthantrioxid und Wismuttrioxid in Frage. Als Oxide und/oder schwerlösliche Salze der seltenen Erden kommen insbesondere Cer-IV-Oxid sowie die übrigen Oxide bzw. Oxalate der Lanthaniden in Frage. Im übrigen können schwerlösliche und hitzestabile Oxide und/oder Salze von allen Metallen allein oder in Kombination verwendet werden, sofern sie mikroanalytisch eindeutig, z. B. durch Röntgenfluoreszenzspektrometrie, identifiziert werden können.

In den nachfolgenden Beispielen sind einige typische Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Markierungsmittel sowie ihre Herstellung beschrieben. Alle Prozentangaben hierin sind Gewichtsprozente.

#### Beispiel 1

15,2 kg Acrylatharz	(74,9%)
1.5 kg Eisenpulver	(10,0%)
1,2 kg Fluoreszenzpigment	(8,0%)
0,5 kg Lanthan-Ill-oxyd	(3,5%)
0.6 kg Antimontrioxid	(3,6%)

werden als trockene Pulver in einem Fluidmischer mit einem Volumen von 75 l und einer Drehzahl der Mischwerkzeuge von 1600 UpM eingegeben und 1 Minute durchgemischt. Dieses Gemisch wird in den Eintragsbehälter eines Zweischneckenkneters eingefüllt und bei einer Schneckendrehzahl von 250 UpM und einem Massetemperaturbereich von 110-130°C homogenisiert. Das homogenisierte Produkt wird über eine Bandkühlanlage mit Brecher ausgetragen und granuliert. Das schuppenförmige Granulat wird auf einer Mahlanlage bei einer Trägergastemperatur von max. 35°C quantitativ auf eine Oberkorngröße von 60 μm vermahlen. Das Produkt besitzt eine Korngrößenverteilung von 3-60 μm bei einem Gewichtsmittelwert von 12 μm und einem Anteil von 86% < 20 µm. Durch anschließende Windsichtung in einem Wirbelsichter konnten 70% ejnes Produktes mit einer sauberen Oberkorngrenze von 20 μm abgetrennt werden.

Acrylatharz:

Ein hydroxylgruppenhaltiges Acrylatharz, mit elner DSC Peaktemperatur von 62—64°C und einer Hydroxylzahl von 78,2 mg KOH/g.

Eisenpulver:

Oberkorngröße von 10 µm und einer Reinheit von 99,5%.

Fluoreszenzpigment: gelbe Eigenfarbe.

Cer-IV-oxid:

Ein Produkt mit einer Reinheit von 99,9%.

Antimontrioxid: Reinheit 99%.

## Beispiel 2

Folgende trockenen, pulverförmigen Komponenten werden mit einem Pflugscharmischer mit einem Volumen von 130 l und einer Drehzahl der Mischwerkzeuge

30

8 -

von 1000 UpM gegeben, während 3 Min. durchgemischt und dann in den Eintragsbehälter eines Planetwalzenextruders eingefüllt, dann bei einer Schneckendrehzahl von 30 UpM und einer Massetemperatur von 90-120°C homogenisiert und über ein Kühlband mit 5 % Brecher ausgetragen und granuliert.

22.4 kg Epoxyharz		(74,9%)	•
3.0 kg Eisenpulver	٠.	(10,0%)	
2.4 kg Fluoreszenzpigment	•	(8,0%)	10
1,0 kg Lanthan-III-oxid		(3,5%)	
1,2 kg Antimontrioxid		(3,6%)	

Das so erhaltene schuppenförmige Granulat wird gemäß Beispiel 1 auf eine Endfeinheit von 50 µm bei einem 15 Gewichtsmittelwert von 8,5 µm und einem Anteil von 88% unter 15 µm vermahlen. Durch eine Windsichtung mittels eines Windsichters lassen sich daraus 78% eines Pulvers mit sauberer Oberkorngrenze von 15 µm abtrennen.

Epoxyharz:

Ein Epoxyharz mit einer DSC-Peaktemperatur von 62°C und einem Epoxy-Äquivalentgewicht von 850—940 g.

Eisenpulver, Fluoreszenzpigment, Lanthan-III-oxid, Antimontrioxid:

Produkte wie in Beispiel 1.

### Beispiel 3

Gemäß Verfahren aus Beispiel 2 (Massetemperatur im Extruder beträgt abweichend max. 135°C) wird aus folgenden trockenen, pulverförmigen Komponenten ein schuppenartiges Granulat hergestellt und auf eine Oberkorngrenze von 80 μm vermahlen. Das Produkt hat einen Gewichtsmittelwert von 18 μm und einen Anteil von 84% < 30 μm. Gemäß Beispiel 2 können daraus 77% eines Pulvers mit einer sauberen Oberkorngrenze von 30 μm abgetrennt werden:

15,0 kg Polyesterharz	(74,9%)	
2,0 kg Eisenpulver	(10,0%)	
1,6 kg Fluoreszenzpigment	(8,0%)	
0,7 kg Lanthan-Ill-oxid	(3,5%)	45
0.7 kg Antimontrioxid	(3,6%)	

## Polyesterharz:

Ein hydroxylgruppenhaltiges Polyesterharz mit einer Flow Rate/ASTM D 1238,A von 10 g/10 Min. und einer Hydroxylzahl von 50 mg KOH/g.

Eisenpulver, Fluoreszenzpigment, Lanthan-III-oxid, Antimontrioxid:

Produkte wie in Beispiel 1.

Die Ausbeute in den Beispielen 1, 2 und 3 konnte dadurch erhöht werden, daß das beim Windsichten angefallene Grobkorn der nächsten Charge Granulat zugemischt wurde, so daß es erneut der Vermahlung unterworfen wurde.

65

- Leerseite -